

## PROCESS FOR PURIFICATION OF POLYESTER OF SUCROSE FATTY ACID

Patent Number: KR9303497  
Publication date: 1993-05-01  
Inventor(s): JONG HA-YOL (KR); LEE SU-JONG (KR); KIM HO (KR); KIM SOK-JU (KR); LEE TAE-SONG (KR); YUN SONG-U (KR)  
Applicant(s): CHEIL SUGAR CO LTD (KR)  
Requested Patent: KR9303497  
Application Number: KR19890019747 19891227  
Priority Number (s): KR19890019747 19891227  
IPC Classification: C08B37/00  
EC Classification:  
Equivalents:

### Abstract

This invention relates to separating and purifying reaction product and recovering fatty acid alkali salt or fatty acid methyl ester in preparation of sucrose fatty acid polyester. The purification process of polyester comprises (1) layer-separating reaction product using NaOH aqueous solution and hexane, and recovering fatty acid alkali salt from aqueous layer, (2) distilling hexane layer under the condition of high temperature and reduced pressure in the constant temperature unit and recovering fatty acid methyl ester from distillate, (3) layer-separating the distilled residue and (4) producing the purified sucrose fatty acid polyester from separated hexane layer.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>  
C08B 37/00

(45) 공고일자 1993년05월01일

(11) 등록번호 특 1993-0003497

(24) 등록일자

(21) 출원번호	특 1989-0019747	(65) 공개번호	특 1991-0011964
(22) 출원일자	1989년 12월 27일	(43) 공개일자	1991년 07월 30일
(73) 특허권자	제일제당주식회사	안시환	
(72) 발명자	서울특별시 중구 태평로 2가 150 이수정 서울특별시 송파구 잠실주공아파트 508동 508호 정하열 서울특별시 서초구 삼호가든아파트 1동 501호 김석주 서울특별시 동작구 흑석동 33-260 김호 서울특별시 송파구 방이동 삼익아파트 203동 1206호 이태성 서울특별시 송파구 가락동 749 85동 403호 윤성우 서울특별시 관악구 신림 2동 98-342 임석재		
(74) 대리인	임석재		

심사관 : 백남훈 (책  
자공보 제3244호)

(54) 슈크로오스 지방산 폴리에스테르의 정제방법

요약

내용 없음.

대표도

도 1

명세서

[발명의 명칭]

슈크로오스 지방산 폴리에스테르의 정제방법

[도면의 간단한 설명]

첨부된 도면은 본 발명에 의한 슈크로오스 지방산 폴리에스테르의 정제 및 지방산 알칼리염, 지방산 메틸에스테르의 회수 공정도이다.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 슈크로오스 지방산 폴리에스테르의 정제방법에 관한 것으로, 좀더 구체적으로는 슈크로오스 지방산 폴리에스테르 제조시 반응산물의 분리, 정제 및 지방산 알칼리염, 지방산 메틸에스테르 등 유용 성분의 회수에 관한 것으로, 반응산물에 0.1-5% 소듐하이드록사이드 용액과 헥산을 동시 첨가하여 1차 중분리하고 분리한 수용액 층으로부터 지방산 알칼리 염을 회수한후 헥산층을 항온유조에서 증류기 내부 온도 100-200℃, 진공도 500-760mmHg의 조건으로 감압증류하여 증류회수물과 증류잔유물로 분리하고, 증류회수물로부터 지방산 메틸에스테르를 회수하여, 남은 증류 잔유물을 메탄올과 헥산으로 2차 중분리하고 헥산층을 탈색후 용매를 제거함으로써 정제된 슈크로오스 지방산 폴리에스테르를 얻는 방법에 관한 것이다.

일반적으로, 슈크로오스 지방산 폴리에스테르는 설탕과 지방산 메틸에스테르의 알칼리 촉매하에서 트랜스 에스테르화 반응으로 제조하며 이때 반응을 용이하게 하기 위하여 지방산 알칼리염을 첨가하여야 하고, 진공하에서 고온으로 반응을 진행시키므로써 반응산물에는 슈크로오스 지방산 폴리에스테르를 비롯하여 반응전에 첨가한 지방산 알칼리염, 지방산 메틸에스테르와 반응중 설탕의 열에 의한 열분해 혼합물 등이 혼합되어 있어 이로부터 슈크로오스 지방산 폴리에스테르를 분리해 내야 한다.

종래 SPE의 정제방법으로는 RIZZI등의 미국특허 제3, 963, 699호가 있으나, 이 방법에서는 반응산물에 아세트산을 첨가 중화하고 메탄올을 다량으로 사용하여 지방산 알칼리 염과 지방산 메틸에스테르, 설탕

열분해 산물을 녹여내고 남은 부분을 과량의 핵산으로 녹여 탈색후 농축하여 슈크로오스 지방산 폴리에스테르를 제조하였다. 그러나 이 방법은 메탄올과 핵산이 과량으로 사용되고 메탄올 세척시 증분리 시간이 많이 소요될 뿐만 아니라, 최종산물인 슈크로오스 지방산 폴리에스테르 중에 유리 지방산 및 지방산 메틸에스테르가 일부 잔존하게 되어 분자증류기 등을 사용하여 재차 정제하여야 하는 번거로움이 있으며 메탄올 층에 녹아 있는 지방산 알칼리염과 지방산 메틸에스테르를 회수하기 위해서는 메탄올 층을 다시 분리, 정제해야 하는 결점이 있었다.

또한, 일본 다이이치사의 미국특허 제4, 611, 055호에 의한 방법은 반응산물에 산을 첨가후 분자증류기로 슈크로오스 지방산 폴리에스테르만을 분리해내는 방법으로, 이 방법은 비교적 공정이 단순하기는 하나, 공업화시 분자 증류기가 매우 고가이므로 설비비가 과다하게 드는 단점이 있으며 잔유물중에서 지방산 알칼리염과 지방산 메틸에스테르를 분리, 회수하기에는 곤란한 단점이었고, 에틸코포레이션사의 미국특허 제4, 334, 061호는 물,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{NaOH}$  등의 수용성 세척매질로 반응산물을 세척하는 방법이나, 이 방법은 반응산물중의 지방산 알칼리염 때문에 거품 또는 에멀전이 형성되므로 분리하기 힘들어 시간이 많이 걸리고 증분리를 4회 반복해야 하는 번거로움이 있을 뿐만 아니라, 공업화시 다수의 대형 증분리조가 필요하여 설비비가 많이들고 세척매질(washing medium)로 지방산 알칼리염, 지방산 메틸에스테르, 설탕 열분해 물을 동시에 제거하여야 하므로 유용성분의 분리, 회수가 곤란한 단점이 있었다.

따라서, 본 발명에서는 슈크로오스 폴리에스테르를 정제함과 동시에 지방산 알칼리염, 지방산 메틸에스테르 등 유용성분을 회수하기 위하여 연구, 검토한 결과, 우선 반응산물을 0.1-5% 소듐하이드록사이드 용액과 핵산을 동시에 첨가, 1차 증분리하여 증분리 속도를 빠르게 하였고 이때 분리해 낸 소듐하이드록사이드 용액으로 부터 지방산 알칼리염을 회수율 90% 이상으로 회수할 수 있었으며, 1차 증분리한 핵산 층은 같은 부피의 증류수로 세척한후 항온유조를 이용, 증류장치 내부온도를 100-200℃로 하고, 진공도 500-760mmHg에서 감압증류하고 증류가 끝난 증류 잔유물과 증류회수물 중 증류회수물에서 용매를 제거하므로써 순수한 지방산 메틸에스테르를 회수율 95% 이상으로 회수할 수 있었으며, 증류후 증류 잔유물은 같은 부피의 메탄올과 핵산으로 증분리하고, 이중 핵산 층을 활성 백토를 이용하여 탈색한후 용매를 제거하여 정제된 슈크로오스 폴리에스테르를 약 99%의 수율로 얻을 수 있었다. 이러한 방법은 설비비가 적게들 뿐만 아니라, 반응후 반응산물 중의 유용성분을 높은 수율로 회수할 수 있으므로 공업화시 매우 유용한 방법임이 밝혀졌다.

즉, 본 발명에 의한 방법의 장점을 구체적으로 알아보기 위하여 슈크로오스 지방산 폴리에스테르, 지방산 알칼리염, 지방산 메틸에스테르, 설탕 열분해물 및 촉매인  $\text{K}_2\text{CO}_3$ 를 무게비로 80 : 10 : 10 : 1 : 1로 혼합하여 모델 시스템을 만들고, 이를 본 발명의 방법과 미국특허 제3,963,699호 및 미국특허 제4,334,061호의 방법 등 세가지 방법으로 분리, 정제후 슈크로오스 지방산 폴리에스테르의 회수율 및 정제 최종산물중 불순물로 들어있는 지방산 알칼리염, 지방산 메틸에스테르, 유리지방산의 함량을 조사하였다(표 1 참조).

표 1에서의 기재와 같이 슈크로오스 지방산 폴리에스테르의 회수율은 본 발명의 방법이 여타 방법에 비해 높았으며 불순물인 지방산 알칼리염의 함량은 미국특허 제4, 334, 061호의 방법에 비해 낮았고 지방산 메틸에스테르 및 유리지방산은 전혀 검출되지 않았다. 미국특허 제3, 963, 699호의 방법에서 지방산 알칼리염이 검출되지 않은 것은 다른 방법과는 달리 반응후 산을 첨가하여 pH를 5이하로 하기 때문에 지방산 알칼리염이 유리지방산으로 변한 것으로 실제로는 지방산 알칼리염의 함량이 가장 많은 것이다.

[표 1]

모델 시스템 정제후 슈크로오스 지방산 폴리에스테르의 회수율 및 불순물(지방산 알칼리염, 지방산 메틸에스테르, 유리 지방산)의 함량.

항 목	본 발명의 방법	미국특허 제3,963,699호	미국특허 제4,334,061호
슈크로오스 지방산 폴리에스테르 회수율(mol%)	98.9	87.0	86.6
지방산 알칼리염 함량(%)	0.01	ND	0.35
지방산 메틸 에스테르 함량(%)	ND	0.3	0.2
유리 지방산 함량(%)	ND	0.8	ND

\* ND : 검출되지 않음

모델 시스템을 이용하여 본 발명의 방법, 미국특허 제3,963,699호의 방법, 미국특허 제4, 334, 061호의 방법으로 분리, 정제시 유용성분인 지방산 알칼리염 및 지방산 메틸에스테르의 회수율을 조사하였다(표 2 참조).

[표 2]

모델 시스템의 분리, 정제시 유용성분(지방산 알칼리염, 지방산 메틸 에스테르)의 회수율.

유 용 성 분	본 발명의 방법	미국특허 제3,963,699호	미국특허 제4,334,061호
지방산 알칼리염 회수율(mol%)	91.3%		
지방산 메틸에스테르 회수율(mol%)	35.0%	90.6%	88.7%

표 2의 기재와 같이 지방산 알칼리염 회수율에서 본 발명의 경우 여타 방법에 비해 회수율이 높았고 미국특허 제3, 963, 699호의 방법이나 미국특허 제4, 334, 061호의 방법의 경우에는 공정상 지방산 알칼리

염과 지방산 메틸에스테르를 분리하여 회수할 수 없었으며 굳이 분리하고자 하는 경우에는 회수율을 별도의 방법으로 분리해야 하는 번거로움이 따라야 함을 확인할 수 있었다.

표 1과 표 2의 결과로 본 발명의 방법이 여타 방법에 비하여 높은 순도의 슈크로오스 지방산 폴리에스테르를 얻을 수 있으며 지방산 알칼리염, 지방산 메틸에스테르 등 유용성분의 회수에 유리하였고 회수된 유용성분은 슈크로오스 지방산 폴리에스테르의 제조시 재사용이 가능하므로 원가면에서도 유리하였다.

표 3은 본 발명의 방법으로 회수한 지방산 알칼리염과 지방산 메틸에스테르를 이용하여 슈크로오스 지방산 폴리에스테르 제조시 시약급의 지방산 알칼리염과 지방산 메틸에스테르를 이용한 경우와의 수율 및 특성의 차이를 비교한 표이다.

[표 3]

시약급 및 회수한 지방산 알칼리염과 지방산 메틸에스테르를 이용한 슈크로오스 지방산 폴리에스테르 제조시 수율 및 특성.

항 목	시약급 사용구	회수분 사용구
슈크로오스 지방산 폴리에스테르 수율(mol%)	98.4	98.3
치 환 도	7.1	7.2
지방산 알칼리염 함량(%)	0.01	0.01
지방산 메틸에스테르 함량(%)	ND	ND

표 3에서 알 수 있는 바와같이 시약급 지방산 알칼리염과 지방산 메틸에스테르를 사용한 사용구와 본 발명이 방법으로 회수한 지방산 알칼리염 및 지방산 메틸에스테르를 사용한 회수분 사용구를 비교한바, 수율 및 특성에서 큰 차이를 보이지 않았으므로 본 발명의 방법으로 회수한 지방산 알칼리염 및 지방산 메틸에스테르는 슈크로오스 지방산 폴리에스테르의 제조시 반복사용이 가능하였음도 확인할 수 있었다.

본 방법을 간단히 설명하면, 설탕, 지방산 메틸에스테르, 지방산 알칼리염, 촉매 등을 넣고 고온, 고진공도로 반응시켜 슈크로오스 지방산 폴리에스테르를 비롯하여 지방산 알칼리염, 지방산 메틸에스테르, 설탕의 열분해 혼합물 등이 섞여 에멀전을 형성하고 있는 반응산물을 얻은 다음, 이 반응산물 5g에 0.1-5%의 소듐하이드록사이드 용액 1-10g, 헥산 1-10g을 넣고 1차 층분리를 행한후, 층분리하여 얻은 수용액층에서 용매를 진공하에서 증발시켜 지방산 알칼리염을 회수하고, 1차 층분리후 남은 헥산층을 1-10g의 증류수를 사용하여 세척하고 이를 항온유조 상에서 증류장치 내부온도 100-200℃, 진공도 500-760mmHg의 조건에서 증류한 다음, 증류하여 얻은 증류회수물에서 용매를 제거하여 지방산 메틸에스테르를 회수하고 증류잔유물에 1-10g의 메탄올과 같은 양의 헥산을 넣어 2차 층분리한후, 분리된 헥산층에 0.05-0.5g의 활성 백토를 첨가하여 탈색, 여과한 후 진공하에서 용매를 제거하여 정제된 슈크로오스 지방산 폴리에스테르를 얻는 방법이다.

다음의 실시예에서 본 발명을 좀더 구체적으로 설명한다.

#### [실시예]

공정 1 : 지방산 소듐염 16.7g과 80-120mesh 설탕 25g, 80-120메시의 포타슘 카보네이트 0.5-2g을 1ℓ 반응기에 넣고, 무수메탄올 100g을 첨가하여 일정시간 교반시킴으로써 초기 반응물을 균일한 혼합액으로 제조하였다.

공정 2 : 항온유조에 의해 반응기 내부의 온도를 상승시켜 메탄올을 5-30분간 재환류시키고 반응기 내부의 압력을 0-25mmHg로 유지하고 350-550rpm으로 교반하여 반응물내의 메탄올을 제거하였다.

공정 3 : 메탄올을 제거후 반응기에 지방산 메틸에스테르 177.5g을 첨가하여 슈크로오스와 지방산 메틸에스테르의 당량비율 1 : 8.2로 하고 온도를 분당 15℃의 속도로 80-130℃까지 상승시킨후 1-3시간 동안 10mmHg 이하의 진공도를 유지하면서 연속적으로 반응시켰다.

공정 4 : 반응이 완료된 반응물을 15-20℃까지 냉각시킨후, 0.1-5% 소듐하이드록사이드 용액 40-400g과 헥산 40-400g을 넣고 20-50rpm의 속도로 약 1분간 교반한후 1차 층분리를 행하고 1차 층분리하여 얻은 수용액층을 진공농축기에서 배스온도 30-80℃, 진공도 500-760mmHg의 진공도로 농축하여 수분을 제거하므로써 지방산 알칼리염 15.2g을 회수하였다.

공정 5 : 공정 4에서 1차 층분리시 얻은 헥산층은 100-400g의 증류수를 넣어 세척한후 유조상에서 내부 온도 100-200℃, 진공도 500-760mmHg로 내부온도가 올라갈 때까지 감압증류한 다음, 이때 얻어지는 증류회수물을 진공농축기에서 배스온도 30-80℃, 진공도 500-760mmHg로 농축하여 용매를 제거하고 지방산 메틸에스테르 21.6g을 회수하였다.

공정 6 : 진공증류후 남은 증류잔유물에 20-200g의 메탄올과 동량의 헥산을 넣고 2차 층분리하여 얻은 헥산층에 1-10g의 활성 백토를 첨가하여, 탈색, 여과한 후 진공농축기에서 배스온도 30-80℃, 진공도 500-760mmHg의 조건으로 진공 농축하여 정제된 지방산 폴리에스테르 148.6g을 얻었다.

#### (57) 청구의 범위

##### 청구항 1

슈크로오스 지방산 폴리에스테르 제조시, 반응산물을 NaOH 용액과 헥산으로 1차 층분리하여 수용액층으로부터 지방산 알칼리염을 회수하고, 헥산층을 항온유조 상에서 고온, 고진공 조건에서 증류하여 증류회수물로 부터 지방산 메틸에스테르를 회수한 후 증류잔유물을 2차 층분리하므로써 분리된 헥산층으로부터 정제된 슈크로오스 지방산 폴리에스테르를 얻는 것을 특징으로 하는 슈크로오스 지방산 폴리에스테

